

Japan Patent Office
Patent Publication Gazette

Patent Publication No. 58-032224
Date of Publication: July 12, 1983
International Class(es): C22C 29/00
C04B 35/52
C22C 1/05

(5 pages in all)

Title of the Invention: Fine Crystal Sintered Body for Tool and
its Preparation
Patent Appln. No. 53-119685
Filing Date: September 27, 1978
Inventor(s): Akio HARA
Shuji YAZU
Applicant(s): Sumitomo Electric Industries, Ltd.

(transliterated, therefore the
spelling might be incorrect)

⑫ 特 許 公 報 (B 2) 昭58-32224

⑪ Int.Cl.³

C 22 C 29/00
C 04 B 35/52
C 22 C 1/05

識別記号

CBQ
CBQ

庁内整理番号

6411-4K
7158-4G
6441-4K

⑭公告 昭和58年(1983) 7月12日

発明の数 2

(全5頁)

1

2

⑮ 工具用微細結晶焼結体およびその製造方法

⑯特 願 昭53-119685

⑰出 願 昭53(1978) 9月27日

⑱公 開 昭55-47363

⑲昭55(1980) 4月3日

⑳発 明 者 原 昭夫

伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

㉑発 明 者 矢津 修示

伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

㉒出 願 人 住友電気工業株式会社

大阪市東区北浜5丁目15番地

㉓代 理 人 弁理士 上代 哲司 外1名

㉔特許請求の範囲

1 1μ以下のダイヤモンドが容量で95～30
%を占め、残部が1μ以下の周期律表第4a, 5a,
6a族金属の炭化物、窒化物、硼化物及びこれ等
の固溶体または混合物結晶の1種または2種以上
を20～95重量%と鉄族金属の結合材からなる
ことを特徴とする工具用微結晶焼結体。

2 特許請求の範囲第1項記載の焼結体において、
結合材が周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭
化物と鉄族金属からなり、これ等炭化物が結合材
中で20重量%以上95重量%以下であることを
特徴とする工具用微結晶焼結体。

3 1μ以下のダイヤモンド粉末と1μ以下の周
期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化
物、硼化物及びこれ等の固溶体粉末の1種又は2
種以上と鉄族金属粉末の混合粉末を作成し、これ
を粉状でもしくは型押成型し、超高圧高温装置を
用いてダイヤモンドが安定な、圧力45Kb～80
Kb、温度1200℃～2000℃の条件下でホ
ットプレスすることを特徴とする1μ以下のダイ
ヤモンドが容量で95～30%占め、残部が1μ

以下の周期律表第4a, 5a, 6a族金属の炭化
物、窒化物、硼化物及びこれ等の固溶体または混
合物結晶の1種又は2種以上を20～95重量%
と鉄族金属の結合材からなる工具用微結晶焼結体
の製造方法。

4 特許請求の範囲第3項記載の方法において、
結合材形成粉末として周期律表第4a, 5a, 6a
族金属の炭化物粉末と鉄族金属を用い、ダイヤモ
ンド粉末とこの結合材粉末の混合粉末をダイヤモ
ンドが安定な高温・高圧下で圧力45Kb～80Kb、
温度1200～2000℃の領域内で、ダイヤモ
ンドの粒成長を抑制して焼結することを特徴とし、
結合材中の炭化物が結合材中で20重量%以上
95重量%であることを特徴とする工具用微結晶
焼結体の製造方法。

発明の詳細な説明

現在非鉄合金やプラスチック、セラミックスの切
削に、ダイヤモンドが70容量%を越し結合材と
してCoを主成分とする金属が用いられた焼結体
部が超硬合金母材上に接合された工具材が市販さ
れている。この工具材は価格が高いにもかかわらずSi
を多く含むAl合金や銅合金などの切削工
具として一部好評を博している。

本発明者らはこの工具材についてその特性など
を種々調査した。この工具材で切削加工用のパイ
トを作成し、前記したような材料を実際に切削し
てみると、確かに耐磨耗性の点においては従来用
いられてきた超硬合金製のバイトに比較してはる
かに優れており、また衝撃に対しては天然ダイヤ
モンドの単石から加工されたバイトに比較して強
靱である特徴を有している。

しかしこのような特徴を持つ反面、例えば非鉄
合金を切削した場合の被加工面を観察すると、天
然ダイヤモンド単石工具に比較して面粗度が粗く、
鏡面と呼ばれる美しい仕上面は得られないことが
判った。

また時計部品等の小物、薄肉の被加工物を切削

加工する場合、切削抵抗が大きく加工物が変形したり、寸法精度が維持できないといった問題点がある。この理由について検討した結果次のことが判明した。

市販のダイヤモンド焼結体の組織を観察するとダイヤモンド結晶の粒度が $3 \sim 10 \mu$ であり、粒子間には結合材として金属 Co が存在する。この焼結体を用いたバイトの刃先を見ると結晶粒子の大きさにほぼ近い凹凸が見られ、天然ダイヤモンド工具の如く鋭い刃先ではない。このことが美麗な仕上加工面が得られ難い一つの理由と考えられる。またダイヤモンド粒子間に存在する金属 Co 結合相は被削材金属との凝着を起すことがあり、これも鏡面のような仕上加工面が要求される場合には問題となる。

市販のダイヤモンド焼結体工具で線引きダイス用途のものは約 $30 \sim 60 \mu$ の粗粒のダイヤモンド結晶の焼結体である。線引きダイスには従来から天然ダイヤモンド単石を用いたダイヤモンドダイスが使用されているが、市販の焼結体を用いたダイスはこれと比較すると、寿命が永い、割れ難いといった特徴はあるもののやはり切削工具の場合と同様に線引きされた線材表面に結晶粒子程度のスジがつくといったような問題があり、美麗な仕上面が要求される用途には適さない。

本発明者等はこのような従来のダイヤモンド焼結体工具材の欠点を克服するべく研究した結果、本発明に到達した。即ちダイヤモンド焼結体の結晶粒度を 1μ 以下の極めて微細なものとすることによつて前記した市販ダイヤモンド焼結体の欠点を解消し得たものである。

ダイヤモンドの粉末を用いて焼結体を作成する方法としては例えば特公昭 3 9 - 2 0 4 8 3 号に示されているようにダイヤモンドの粉末とこれを高圧高温下で溶解する鉄族金属の粉末を混合しておき、ダイヤモンドが安定な圧力、温度条件でこの金属を溶解せしめてこれをダイヤモンドの結合材とする方法がある。現在市販されているダイヤモンド焼結体の製法は特公昭 5 2 - 1 2 1 2 6 号に述べられているように WC-Co 超合金に接してダイヤモンド粉末を置き、超高压下で超合金中の Co が溶解する温度以上に加熱してこの Co ダイヤモンド粉末層中に溶浸せしめる方法がとられている。

発明者等は前記した従来の市販ダイヤモンド焼結体の欠点を解消する為に極めて微細なダイヤモンド結晶の緻密な焼結体を得るべく、これ等の方法を用いて種々焼結体を試作してみたが、満足な結果は得られなかった。

例えば、原料ダイヤモンド粉末として約 0.3μ の微粒を用い、金属 Co 粉と混合してこれを容器に詰めダイヤモンド合成に用いられる超高压装置で圧力 55 Kb 、温度 1450°C で焼結したところ、緻密な焼結体は得られたが、焼結体中のダイヤモンド粒子は約 300μ の大きさに粒成長しており、目的とした微細結晶の焼結体は得られなかった。このようにダイヤモンド結晶はダイヤモンドが安定な高温、高压下でこれを溶解する鉄族金属の液相が存在する場合は溶解析出現象により粒成長する。原料ダイヤモンド結晶の粒度を種々変えて同様の実験を行なつた結果、粒度が 3μ 以上の場合は顕著な粒成長は生じないことが分つた。これは現在市販されているダイヤモンド焼結体の最も微細な粒度に相当する。

発明者等は目的とする 1μ 以下の微細結晶焼結体を製造する方法を種々検討した結果、原料ダイヤモンド粉末に周期律表第 4 a 族 (Ti, Zr, Hf)、第 5 a 族 (V, Nb, Ta)、第 6 a 族 (Cr, Mo, W) の炭化物、窒化物、硼化物の微細な粉末を混入すると、鉄族金属融液と共存した状態でもダイヤモンドの粒成長が抑制されることを見出した。その理由としては微細なダイヤモンド結晶粒子の間にこれ等の化合物粒子が存在することによつてこれが結晶成長に対しては不純物として作用することで成長が抑制されるか、またはこれ等の化合物が高温下で一部鉄族金属融液に溶解し、ダイヤモンド結晶表面に炭化物として析出することで粒成長が抑制されることが考えられる。

このような作用を有するものとしては微細なダイヤモンド結晶粒子間に介在していることが必要であり、これ等化合物粉末も予めダイヤモンド結晶と同等かそれ以下の粒度まで粉砕されており、ダイヤモンド結晶粉末と均一に混合されていることが必要である。実験の結果によると化合物としては周期律表第 4 a, 5 a, 6 a 族金属の炭化物が最も粒成長抑制効果が顕著であつた。また焼結体の工具としての性能からみると、これ等の化合物は鉄族金属と共にダイヤモンド結晶の結晶材と

して焼結体中に残るものであり、このものの自身の強度・耐摩耗性が優れていることが必要である。この面からみても炭化物を用いた方が高強度で耐摩耗性に優れた焼結体が得られる。

本発明の焼結体に使用するダイヤモンド原料粉末としては1 μ 以下好ましくは0.5 μ 以下のマイクロンパウダーである。合成ダイヤモンド、天然ダイヤモンドのいずれでも良い。このダイヤモンド粉末と前記化合物粉末の一種又は2種以上及びFe, Co, Niの鉄族金属粉末を均一にボールミル等の手段を用いて混合する。この鉄族金属は予め混合せずに焼結時に溶浸せしめても良い。また発明者等の先願特願昭52-51381号の如くボールミル時のポットとボールを混入する炭化物等の化合物と鉄族金属の焼結体で作成しておき、ダイヤモンド粉末をボールミル粉砕すると同時にポットとボールから炭化物等の化合物と鉄族金属の焼結体の微細粉末を混入せしめる方法もある。

混合した粉末を超高圧装置に入れ、第1図に示したダイヤモンドが安定な条件下で；圧力45Kb～80Kb、温度1200℃～2000℃の領域内で焼結する。このとき使用した鉄族金属と炭化物等の化合物間に生じる共晶液相の出現温度以上で焼結する必要がある。例えば化合物としてTiCを用い、鉄族金属としてCoを用いた場合は常圧下では約1260℃で液相が生じる。高压下ではこの共晶温度は数十℃程度上昇するものと考えられている。従つてこの場合は1300℃以上の温度で焼結される。

本発明のダイヤモンド焼結体の組成はダイヤモンド含有量が容量で95～30%の範囲である。95%以上のダイヤモンド含有量では介在する化合物の量が充分でなく、焼結中にダイヤモンドの粒成長を抑制する効果がうすれる。又ダイヤモンド含有量が30%未満では工具としての耐摩耗性が劣り、目的とする天然ダイヤモンドに匹敵する性能は得られない。焼結体中のダイヤモンドの結合材となる炭化物等の化合物と鉄族金属の割合は一義的には定められないが、少くとも焼結時に化合物が固体として存在するだけの量は必要であり、例えばWCを化合物として用いCoを結合金属とした場合はWCとCoの量的割合は前者を重量で50%以上含む必要がある。

一般には焼結時のダイヤモンドの粒成長抑制効果が認められるのは結合材中の炭化物含有量が20重量%以上の場合であり、また結合材中の炭化物量が95重量%を越えると焼結体の強度が低下する。

本発明の焼結体の用途としては特に美麗な仕上加工面が要求される線引きダイスやAl合金やCu合金の切削加工用バイトなどがある。

以下実施例により具体的に説明する。

実施例 1

粒度0.5 μ の合成ダイヤモンド粉末とWC及びCo粉末をWC-Co超硬合金製のポット、ボールを用いて粉砕混合した。作成した混合粉末の組成は次の通りである。

表 1

No	容 積 %			焼 結 体 ビツカーズ硬度
	ダイヤモンド	WC	Co	
A	96	2	2	(粒成長)
B	90	3	7	(")
C	90	5	5	8,000
D	80	15	5	7,200
E	50	45	5	5,300
F	30	65	5	3,000
G	25	70	5	2,100

本発明焼結体

この混合粉末を Ta 製の容器に詰め超高压装置を用いて先ず圧力を 55 K_b 加え、引続いて 1450℃に加熱し、20 分間保持して焼結した。

焼結体取出して組織観察したところ №A, B のものは約 300 μ の粗大なダイヤモンド結晶が生成しており均一な組織の焼結体は得られなかった。№C-G のものはいずれも 1 μ 以下のダイヤモンドと 1 μ 以下の WC を含む微細結晶焼結体であつた。焼結体のビツカース硬度は表 1 に記した通りである。

№C の焼結体を切断して切削加工用のチップを作成した。これを用いて A₂ 合金の切削テストを行なつた。被削材は直径 6.0 mm の A₂ 合金丸棒で、切削速度 250 m/分、送り 0.02 mm/回転、切込み 0.07 mm で切削した。天然ダイヤモンド工具と同じ切削条件で比較したが被削材の表面状態は殆んど差がなく美麗な鏡面に近い仕上げ面が得られた。

実施例 2

実施例 1 の №C の組成の混合粉末を用いて、内径 5 mm、深さ 5 mm、肉厚 50 μ の Ta 製容器に充てんした。これを予め焼結した WC-10% Co *

* 合金の外径 15 mm、内径 5.2 mm、高さ 5 mm のリングに装入した。この組合せ体を超高压装置に入れ、実施例 1 と同一条件で焼結した。得られた焼結体は WC-10% Co 超合金製のリングにダイヤモンド焼結体が内接した複合体となつていた。界面は 50 μ 厚みの Ta 容器が残存しておりこの一部はダイヤモンド又は超合金と反応して TaC となつていた。この界面の存在により焼結時に超合金製リングよりの Co 液相の浸入はなく、ダイヤモンド焼結体は粒度 1 μ 以下の極めて微細な組織を呈していた。

この焼結体を更にステンレス製のリングに通常の天然ダイヤモンドダイスの製法と同様の方法でマウントし、ダイヤモンド焼結体部を孔加工して線引きダイスを作成した。これを用いて従来天然ダイヤモンドダイスが使用されていた直径 1 mm のステンレス線の線引きに用いたところ天然ダイヤモンドダイスの 3 倍の寿命が得られ、被加工線材の表面も従来と変らぬ状態であつた。

実施例 3

粒度 1 μ 以下のダイヤモンド粉末を用いて表 2 の組成の混合粉末を作成した。

表 2

№	ダイヤモンド 容 積 %	結 合 材 及 び 容 積 %		焼 結 体 の ビツカース硬度
		化 合 物	鉄族金属	
H	80	15 TaC	5 Co	7.500
I	80	15 TiC	5 Co	7.500
J	80	15 TiB ₂	5 Ni	4.000
K	80	15 ZrN	5 Ni	4.300
L	80	15 WC	5 Ni	7.000
M	80	15 (W _{0.7} Ti _{0.3}) C	5 Co	7.500
N	80	15 Ti (Co _{0.5} , Ni _{0.5})	5 Co	6.000
O	80	10 TaN, 5 TiB ₂	5 Ni	5.000
P	80	14 WC, 1 TaC	5 Co	7.500
Q	80	14 WC, 1 Cr ₂ C ₃	5 Fe	7.000
R	80	15 (W _{0.5} Hf _{0.5}) C	5 Co	7.500

焼結条件は全て実施例 1 と同様にして焼結体を得た。いずれもダイヤモンドは 1 μ 以下の微細な

組織の焼結体であつたが特に №J, K の焼結体は焼結体に層状のヒビ割れが生じており、他のもの

に比較して強度が劣っていた。

図面の簡単な説明

第1図は本発明の焼結体の製造条件を説明する

為のものでダイヤモンドの圧力、温度相図上での安定域を示したものである。

図1

